

1/9/1

• DIALOG(R) File 347:JAPIO
(c) 2002 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

03554901 **Image available**
OPTICAL DISK SUBSTRATE AND OPTICAL INFORMATION RECORDING MEDIUM USING THE
SAME

PUB. NO.: 03-217801 [JP 3217801 A]
PUBLISHED: September 25, 1991 (19910925)
INVENTOR(s): FUJISHIMA TOSHIHIKO
 TSUKAHARA MAKOTO
APPLICANT(s): IDEMITSU PETROCHEM CO LTD [358507] (A Japanese Company or
 Corporation), JP (Japan)
APPL. NO.: 02-012510 [JP 9012510]
FILED: January 24, 1990 (19900124)
INTL CLASS: [5] G02B-001/04; G11B-007/24
JAPIO CLASS: 29.2 (PRECISION INSTRUMENTS -- Optical Equipment); 42.5
 (ELECTRONICS -- Equipment)
JAPIO KEYWORD: R002 (LASERS); R102 (APPLIED ELECTRONICS -- Video Disk
 Recorders, VDR); R125 (CHEMISTRY -- Polycarbonate Resins);
 R138 (APPLIED ELECTRONICS -- Vertical Magnetic &
 Photomagnetic Recording)
JOURNAL: Section: P, Section No. 1290, Vol. 15, No. 503, Pg. 22,
 December 19, 1991 (19911219)

ABSTRACT

PURPOSE: To maintain reliability over a long period of time (≥ 10 years) without degradation of information recording and reproducing characteristics, etc., even when the above recording is left standing over along period of time in a high-temperature and high-humidity environment by confining the foreign matter intensity of the foreign matter of ≤ 1.1 μm grain powder in the optical disk substrate to a specified value or below.

CONSTITUTION: This optical disk substrate is so formed that the foreign matter intensity of the foreign matter of ≤ 1.1 μm grain size in the optical disk substrate attains $10,000 \mu\text{m}^2/\text{g}$. More preferably, the optical disk substrate is constituted of a polycarbonate resin having 10000 to 22000 viscosity average mol.wt. The foreign matter intensity refers to the sum of the product of the square of the individual grain sizes and number of the foreign matter per unit weight consisting of the sizes of ≥ 0.5 μm grain size. Monoglyceride of 14 to 30C fatty acid or beeswax is preferably incorporated at 0.002 to 5 wt.% into the optical disk substrate. A known information recording layer 2, etc., are formed on such optical disk substrate 1, by which the optical information recording medium of the high reliability is obtained without generating polarization defects even under high-temperature and high-humidity conditions.

⑫ 公開特許公報(A) 平3-217801

⑪ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)9月25日

G 02 B 1/04
G 11 B 7/24Z 7132-2H
7215-5D

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全6頁)

⑭ 発明の名称 光学式ディスク基板及び該基板を用いた光学式情報記録媒体

⑮ 特 願 平2-12510

⑯ 出 願 平2(1990)1月24日

⑰ 発 明 者 藤 島 俊 彦 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1660番地 出光石油化学株式会社内

⑱ 発 明 者 塚 原 誠 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1660番地 出光石油化学株式会社内

⑲ 出 願 人 出光石油化学株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 渡 辺 喜 平

明 細 書

1. 発明の名称

光学式ディスク基板及び該基板を用いた
光学式情報記録媒体

2. 特許請求の範囲

(1) 粒径 $1.1\mu\text{m}$ 以下の異物の異物強度が、
 $10000\mu\text{m}^2/\text{g}$ 以下であることを特徴とした光
学式ディスク基板。(2) 粘度平均分子量が、10000～22000のポリ
カーボネート系樹脂からなることを特徴とした
請求項1記載の光学式ディスク基板。(3) 炭素数14～30の脂肪酸のモノグリセリドま
たは蜜蝋を0.002～5重量%含有することを特徴
とした請求項1または2記載の光学式ディスク
基板。(4) 請求項1、2または3記載の光学式ディス
ク基板と、その上に担持された情報記録層とから
なることを特徴とする光学式情報記録媒体。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、異物量を低減した光学式ディスク基
板及び光学式情報記録媒体に関し、特に粒径 $1.1\mu\text{m}$
以下の異物の量を低減させた光学式ディス
ク基板及びこの光学式ディスク基板を用いた光学
式情報記録媒体に関する。

〔従来の技術〕

オーディオディスク、レーザーディスク、光ディ
スクメモリあるいは光磁気ディスク等のレーザ光
を利用して情報の記録及び/または再生を行なう
記録媒体たる光学式情報記録媒体にあっては、ポ
リカーボネート、ポリメタクリル酸メチル、ガラ
ス等からなる透明基板、すなわち光学式ディス
ク基板中に含まれる異物(塵埃や炭化物等)が、情
報の記録及び/または再生の信頼性に対して大き
な影響を与えることが知られている。

これに関し、原料中の異物を原料の精製過程や
造粒過程等においてフィルタで濾過するなどして
異物の低減を図る技術が提案されている(特開
昭61-90345号、特開昭63-91231号等)。そして、

これらにおいては、 $0.5\mu\text{m}$ または $1\mu\text{m}$ 以上の粒径からなる異物の、原料 1g 当りに占める個数が記録再生特性の性能、例えば、エラー率（ビットエラー率：BER）に関係することが示されている。

しかし、これらは異物の粒径との関係が不明瞭であり、必ずしも適正な評価方法とはいえず、BERの低減を完全に果たせるものではなかった。

そこで、本出願人は、このような問題点を解決するものとして、異物強度の概念を採用し、同異物強度を一定水準以下とすることにより、光学式ディスク基板の評価を実際に則して定量的に行なえるようにし、基板中の異物に起因するBER等の記録再生特性の低下防止を図った光学式ディスク基板、及びこの光学式ディスク基板を用いた光学式情報記録媒体に関する出願を先に行なっている（特願平1-9991号）。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら、上述した従来の光学式ディスク

の異物の異物強度を一定値以下とし、好ましくは同光ディスク基板に脂肪酸モノグリセリド等の添加剤（滑剤）を含有させると、高温高温条件下における偏光性欠陥の発生を大幅に抑制できることを知見し本発明を完成するに至った。

〔課題を解決するための手段〕

すなわち、本発明の光学式ディスク基板は、粒径 $1.1\mu\text{m}$ 以下の異物の異物強度が $10000\mu\text{m}^2/\text{g}$ 以下となる構成としてあり、好ましくは、同光学式ディスク基板が粘度平均分子量 $10000\sim 22000$ のポリカーボネート系樹脂からなる構成としてあり、さらに好ましくは、同光学式ディスク基板が炭素数 $14\sim 30$ の脂肪酸のモノグリセリドまたは蜜蝋を $0.002\sim 5$ 重量％含有する構成としてある。

また、本発明の光学式情報記録媒体は、上述した光学式ディスク基板のいずれか一に情報記録層を形成した構成としてある。

本発明の光学式ディスク基板においては、同基板に含まれている異物量の評価方法として、異物

基板及び光学式情報記録媒体は、製造時におけるBERの低減等に関しては十分な成果をあげているものの、高温高湿環境下に長時間放置した場合におけるBERの低減については改良の余地が残っていた。

本発明は上記事情にかんがみてなされたもので、高温高湿環境下に長時間放置されても、情報記録再生特性の低下等を生ずることがなく、したがって、長時間（10年以上）にわたって高い信頼性を維持する光学式ディスク基板及び光学式情報記録媒体の提供を目的とする。

本発明者等は上記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、高温高湿環境下に長時間放置した際にBERの高くなる原因が、ディスク基板中に存在するサブミクロンサイズの異物が核となり、これらの異物が吸湿により加水分解を引き起こし、数ミクロンから数十ミクロンサイズの偏光性欠陥を発生させることにあることを見出した。

そして、光ディスク基板中の粒径 $1.1\mu\text{m}$ 以下

強度なる概念を採用している。

ここで、「異物強度」とは、粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上の大きさからなる単位重量当りの異物の、各々の粒径の平方と個数との積の和である。異物は、評価すべき材料（原料または基板等）を大過剰の有機溶媒（特に塩化メチレン）に溶解した溶液中に検出されるものである。異物強度は、式

$$I = \sum \left[\frac{1}{2} (d_i + d_{i+1}) \right]^2 \times (n_i - n_{i'}) \div W$$

で表わされる。

式中、 I は異物強度であり、 d_i は第 i 番目の粒径区分値（ μm ）であり、 n_i は粒径 d_i 未満及び粒径 d_i 以上であって溶液中に検出される異物の個数であり、 $n_{i'}$ は使用前の溶液に含まれている異物の個数であり、そして W は材料の重量（ g ）である。

粒径区分値設定の一例を示せば、次のとおりである。

$$\begin{array}{ll} d_1 = 0.5 (\mu\text{m}) & d_6 = 5.0 (\mu\text{m}) \\ d_2 = 0.6 (\mu\text{m}) & d_7 = 10.0 (\mu\text{m}) \\ d_3 = 0.7 (\mu\text{m}) & d_8 = 20.0 (\mu\text{m}) \end{array}$$

$$\eta_{sp}/C = [\eta] (1 + 0.28 \eta_{sp})$$

〔ここでCはポリカーボネート樹脂濃度(g/l)である〕

及び

$$[\eta] = 1.23 \times 10^{-3} M_{\eta}^{0.69}$$

によって算出することができる。

射出成形に用いる原料ポリカーボネートは、従来公知の方法により製造した後、溶液状態において濾過処理をしたり、粒状の原料を、例えば加熱条件下でアセトンなどの貧溶媒で洗浄したりして低分子量成分や未反応成分などの不純物や異物を除去することが好ましい。いずれにしても、射出成形前の原料は、異物、不純物、溶媒などの含有量を極力低くしておくことが必要である。

また、必要により、例えばリン系等の酸化防止剤などの添加剤を加えることも可能である。

ポリカーボネート系以外の樹脂としては、アクリル系樹脂、例えばポリメタクリル酸メチル、メタクリル酸メチルと他のメタクリル酸エステル、アクリル酸エステルまたはスチレン系モノマーな

本発明の光学式ディスク基板は射出成形して製造することが好ましく、射出成形時における樹脂温度は300～400℃とし、金型温度は通常50～140℃、好ましくは80～130℃とする。さらに、この射出成形時における金属成分の混入が少なく、なるような材質の選定等を行なうことが好ましい。

なお、金型表面温度のみを高周波等を用いてガラス転移温度以上に加熱し、樹脂射出後にディスク基板取出可能温度まで冷却するようにしてもよい。このようにすると、より光学的特性に優れた基板を得ることができる。

次に本発明の光学式情報記録媒体は、上述した光学式ディスク基板に公知の情報記録層等を形成することにより得ることができる。

例えば、本発明の情報記録媒体の具体例を示せば第1図(a)、(b)のようになる。

ここで、第1図(a)は両面記録構造の情報記録媒体の例を示すものであり、同図において、1はポリカーボネート樹脂からなる光学式ディスク

ととの共重合体、あるいは非晶性ポリオレフィン(例えば、エチレンとシクロオレフィン類とのランダム共重合体)などを用いることができる。

本発明の光学式ディスク基板においては、原料樹脂であるポリカーボネート樹脂中に、炭素数14～30、好ましくは炭素数16～24の脂肪酸のモノグリセリドまたは蜜蝋を0.002～5重量%、より好ましくは0.005～0.3重量%含有すると、その理由は明らかではないが偏光性欠陥発生が抑制される。

上記脂肪酸モノグリセリドとしては、飽和一価脂肪酸モノグリセリドで、ステアリン酸モノグリセリド、ペヘン酸モノグリセリドなどや、これらの混合物を例示できる。

上記蜜蝋としては、紺印晒蜜蝋(日興ファインプロダクツ株式会社製)等が挙げられる。

なお、蜜蝋とは、蜜蜂の下腹部にある8本のろう腺から分泌されるもので、巣づくりの材料となるものである。また、その主成分は脂肪酸のエステルである。

基板である。2は情報記録層であり、F、C等の遷移金属とTi、Ga、Na、D等の希土類を組み合わせる材料(例えばGa-F-C系、Ti-F-C系の材料)が蒸着、スパッタリング等の手段により通常300～1000Å程度の厚みに形成される。3は記録層2を保護するための保護層であり、シリコン系セラミックス等を用いている。4は接着層であり、熱硬化性樹脂等を用い通常40～60μm程度の厚みに形成される。

第1図(b)は片面記録構造の情報記録媒体の例を示すものである。ここで、光学式ディスク基板1a、情報記録層2、記録層2を保護するための保護層3は、第1図(a)に示すものと同様である。4'はオーバーコート層であり、紫外線硬化樹脂等を用い、通常10～20μm程度の厚みに形成される。

このようにして、光学式ディスク基板に情報記録層を形成した光学式情報記録媒体は、主に追記型、書換え型として用いられる。

なお、情報記録層としては、前記光磁気タイプのものに限らず、レーザ光などにより記録可能なものであれば有機系記録層（例えば、フタロシアニンやテトラカルボニルシアニン）等であってもよい。

〔実施例〕

以下、実施例にもとづき本発明を詳細に説明するが、本発明は、何らこれに限定されるものではない。

光学式ディスク基板の製造

第1表に示す粘度平均分子量〔M_v〕、異物強度を有するポリカーボネート樹脂に、同表に示す量の脂肪酸モノグリセリドまたは蜜蝋を添加したものを原料として用いた。そして成形温度 135℃、金型温度 118℃で成形を行ない、基板サイズ（直径）130mm φ、厚み1.2mmの光学式ディスク基板を製造した（実施例1～7及び比較例1～4）。

なお、脂肪酸モノグリセリドとしては、ペヘン酸モノグリセリドを用い、蜜蝋としては、紺印晒

蜜蝋（日興ファインプロダクツ株式会社製）を用いた。

加速劣化試験

温度80℃、湿度90%RHの高温高湿条件下に、上記実施例1～7及び比較例1～4で得られた光学式ディスク基板（各10枚）2000時間放置して、加速劣化試験を行なった。

次に、光学顕微鏡を透過偏光モードとし、かつクロスニコル状態として、光学式ディスク基板中の偏光性欠陥の数を検出し、1枚当りの平均値を算出した。

その結果を第1表に示す。

〔以下余白〕

第1表

	PC基板の特性					2000H _r 後の 偏光性欠陥数 (7/枚)	BER		
	M _v	異物強度(μm ² /g)			モノグリセリド 添加量 (ppm)		初期値	2000H _r 後	比率 BER ₂₀₀₀ /BER ₀
		全体	1.1μm >	1.1μm <					
実施例1	14,600	7,900	5,100	2,800	なし	0	4.8×10 ⁻⁶	5.4×10 ⁻⁶	1.1
実施例2	14,700	15,300	9,300	6,000	なし	0.4	5.0×10 ⁻⁶	10.5×10 ⁻⁶	2.1
実施例3	14,700	8,100	5,000	3,100	50	0	5.2×10 ⁻⁶	6.2×10 ⁻⁶	1.2
実施例4	14,600	14,000	9,300	4,700	50	0.2	6.1×10 ⁻⁶	6.7×10 ⁻⁶	1.1
実施例5	14,600	13,600	9,500	4,100	100	0.1	4.6×10 ⁻⁶	5.1×10 ⁻⁶	1.1
実施例6	14,700	15,300	9,200	6,100	300	0	4.9×10 ⁻⁶	4.9×10 ⁻⁶	1.0
実施例7	14,700	14,000	9,300	4,700	50*	0.3	5.1×10 ⁻⁶	5.6×10 ⁻⁶	1.1
比較例1	14,700	18,900	13,000	5,900	50	8.1	3.9×10 ⁻⁶	3.3×10 ⁻⁵	8.5
比較例2	14,800	24,900	17,600	7,300	50	30.0	4.8×10 ⁻⁶	11.0×10 ⁻⁵	23
比較例3	14,700	15,000	10,900	4,100	なし	10.3	4.0×10 ⁻⁶	2.4×10 ⁻⁵	6.0
比較例4	14,700	19,000	13,000	6,000	300	9.8	4.4×10 ⁻⁶	2.6×10 ⁻⁵	5.9

*蜜蝋：紺印晒蜜蝋（日興ファインプロダクツ株式会社製）

光学式情報記録媒体の製造

上記した実施例1～7及び比較例1～4で得られたディスク基板に、スパッタリングにより、厚さ800ÅのT.-F.-C.系層(記録層)、厚さ800Åのシリコン系セラミックス層(保護層)、厚さ15μmの紫外線硬化樹脂層(オーバーコート層)を形成し、片面記録構造の光学式情報記録媒体を製造した。

加速劣化試験

上記で得られた光学式情報記録媒体のビットエラーレートの初期値BERを測定した後、上述したディスク基板の加速劣化試験と同一条件で加速劣化試験を2000時間行ない、その後のビットエラーレートの値BER2000を測定した。その結果を第1表に示す。

第1表から明らかなように、粒径1.1μm以下の異物の異物強度が10000μm²/g以下の光学式ディスク基板及び光学式情報記録媒体は、異物強度が10000μm²/gを超えるものに比べ、偏光性欠陥の発生数が少なく、BERの増加も低い。

性に優れ、耐用年数が長く、信頼性の高い光学式情報記録媒体を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図(a)は本発明の光学式情報記録媒体における両面記録構造の一具体例を示す構成図、第1図(b)は同じく片面記録構造の一具体例を示す構成図である。

- 1: 光学式ディスク基板 2: 情報記録層
3: 保護層
4: 接着層
4': オーバーコート層

出願人 出光石油化学株式会社

代理人 弁理士 渡辺喜平

い。

また、脂肪酸モノグリセリドを添加したものは蜜蝋を添加したものは、添加しないものに比べ偏光性欠陥の発生数が少なくBERの増加も低い。

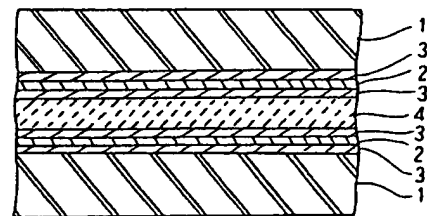
なお、上記実施例においては、光学式ディスク基板等について説明したが、本発明にいう光学式ディスク基板及び光学式情報記録媒体とは、レーザー光を利用して情報の再生、追記、書換えを行なう基板及び記録媒体を意味し、例えば光カード等も含まれる。

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、粒径1.1μm以下の異物の異物強度を10000μm²/g以下としたので、高温高湿条件下にあっても偏光性欠陥を生ずることなく、信頼性の高い光学式ディスク基板を得ることができる。

また、高温高湿条件下にあっても偏光性欠陥を生ずることがないので、ビットエラー率(BER)の増加が抑制され、したがって耐高温高湿特

第1図(a)



第1図(b)

